Aluminium-coated steel sheet and process for its production.

Publication number: FR2530536 (A1) **Publication date:** 1984-01-27 Inventor(s): KAWASE HISAO

UCHIDA YUKIO; TAKAGI KAZUHIRO; KATAYAMA KIICHIROU;

NISSHIN STEEL CO LTD [JP] Applicant(s):

Classification:

- international: B32B15/01; C23C2/12; C23C2/26; B32B15/01; C23C2/04; C23C2/26; (IPC1-7): B32B15/20; B32B31/14; C21D8/02;

C23C1/08

B32B15/01C; C23C2/12; C23C2/26 - European:

Application number: FR19820013012 19820726

Priority number(s): FR19820013012 19820726

Also published as:

圖 FR2530536 (B1)

Cited documents:

GB1489618 (A)

US3705023 (A)

GB917986 (A)

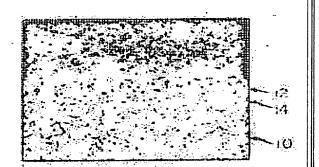
US3268369 (A)

US2937435 (A)

more >>

Abstract of FR 2530536 (A1)

Aluminium-coated steel sheet. According to the invention, it comprises a steel substrate containing 0.002 to 0.02 % by weight of dissolved N and not more than 2ROOT (5/3N - 1/300) % by weight of total C, N denoting the percentage of dissolved N, and having a recrystallised structure, an aluminium coating layer over at least one surface of the steel substrate containing essentially Al and 1 to 15 % by weight of Si and having a recrystallised structure, and an intermediate and noncontinuous layer at the interface between the substrate and the aluminium coating layer and comprising essentially intermetallic compounds of Al-Fe-Si; the attached drawing shows a photograph of a lengthwise section of a sheet according to the invention. The invention applies especially to metallurgy.



Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

No de publication :

2 530 536

21) Nº d'enregistrement national :

82 13012

(61) Int Cl3: B 32 B 15/20, 31/14; C 21 D 8/02; C 23 C 1/08.

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

Δ1

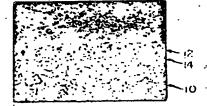
- (22) Date de dépôt : 26 juillet 1982.
- (30) Priorité

71 Demandeur(s): Société dite: NISSHIN STEEL CO., LTD. — JP.

- (3) Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 4 du 27 janvier 1984.
- (ii) Références à d'autres documents nationaux apparentés :
- (72) Inventeur(s) : Yukio Uchida, Kazuhiro Takagi. Kiichirou Katayama et Hisao Kawasa.
- (73) Titulaire(s):
- (74) Mandataire(s): Z. Weinstein.
- (54) Tôle d'acier couverte d'aluminium et procédé pour sa production.
- t'invention concerne une tôte d'acter couverte d'aluminium.

Selon l'invention, elle comprend un substrat d'acier contenant 0.002 à 0.02 % en poids de N dissous et pas plus de $\sqrt{5/3N}-1/300$ % en poids de C au total. N représentant le pourcentage de N dissous, et ayant une structure recristalisée, une couche de revêtement d'aluminium sur au moins une surface du substrat d'acier contenant essentiellement AI et 1 à 15 % en poids de Si et ayant une structure recristallisée, et une couche intermédiaire et discontinue à l'interface entre le substrat et le couche de revêtement d'aluminium et comprenant essentiellement des composés intermétalliques de AI-Fe-Si; le dessin joint montre une photographie d'une coupe longitudinale d'une tôle selon l'invention.

L'invention s'applique notamment à la métallurgie.



530

N

Vento des fascicules à l'IMPRIMERIE NATIONALE. 27, rue de la Convention — 75732 PARIS CEDEX 1

1

La présente invention se rapporte à une tôle d'acier couverte d'aluminium, ayant une aptitude à la mise en forme et une résistance à la corrosion, ainsi qu'à un procédé pour sa production.

5 Des produits d'acier en tôle plongés à chaud dans de l'aluminium, préparés en utilisant un bain d'immersion ou de plongée chaud pratiquement à 100% d'aluminium, ont des résistances satisfaisantes aux intempéries et à la corrosion. Cependant, ils posent un problème par leur aptitude à la mise en forme du fait de la présence d'une couche intermédiaire relativement épaisse (comme environ 20 04) de composés intermétalliques qui se forment entre le substrat en acier et la couche de revêtement d'aluminium. Ils présentent l'inconvénient que, quand ils sont courbés, 15 pressés, étirés ou autrement mécaniquement travaillés, même à un léger taux de travail, la couche intermédiaire se fissure souvent et la couche de revêtement ou les couches . s'écaillent fréquemment. Pour cette raison, il est devenu de pratique courante d'ajouter du silicium à un bain 20 d'immersion à chaud d'aluminium afin de contrôler ainsi la croissance de la couche intermédiaire des composés intermétalliques à une épaisseur de l'ordre de 2 à 4 ll. Le produit, la tôle d'acier plongée à chaud dans Al-Si, ayant une bonne aptitude à la mise en forme ainsi qu'une. 25 excellente résistance à la chaleur et à la corrosion, est largement utilisé pour diverses applications.

Avec une telle tôle d'acier plongée à chaud dans Al-Si, il reste encore un problème parce que, lorsqu'on la travaille à un taux élevé, la couche de revêtement ou les couches de Al-Si se fissurent souvent facilement, et des piqûres de rouille rouge apparaissent relativement précocément et se développent dans les zones du substrat d'acier où la couche ou les couches de revêtement se sont fissurées. Cela est partiellement dû au fait que la couche de revêtement de Al-Si a une structure coulée d'un allongement insuffisant et partiellement parce que la couche intermédiaire continue, consistant essentiellement en composés

2

intermétalliques de Al-Fe-Si, et ayant une épaisseur de l'ordre de 2,0 à 4,0 , se fissure souvent localement au moment du travail ou de l'usinage, conduisant à une concentration localisée d'effort interne dans la couche 5 de revêtement.

On a maintenant trouvé qu'une tôle d'acier couverte d'alluminium perfectionnée pouvait être produite en transformant la structure de la couche de revêtement de Al-Si, ou des couches, en une structure recristallisée et en divisant la couche intermédiaire des composés intermétalliques de Al-Fe-Si, en sections. Le terme "aptitude à la mise en forme" d'une tôle d'acier couverte d'aluminium, signifie la capacité de la tôle à prendre des formes par travail mécanique comme la flexion, le travail à la presse ou l'étirage, sans que la couche ou les couches de revêtement ne se fissurent ou ne s'écaillent.

La présente invention concerne une tôle d'acier couverte d'alluminium qui comprend :

- (1) un substrat en acier contenant 0,002 à 0,02%
 20 en poids de N dissous et pas plus de √5/3N 1/300 % en poids de C au total, N représentant le pourcentage du N dissous, et ayant une structure recristallisée;
- (2) une couche de revêtement d'aluminium sur au moins une surface du substrat d'acier comprenant essentiel25 lement Al et 1 à 15% en poids de Si et ayant une structure recristallisée; et
- (3) une couche intermédiaire discontinue, à l'interface entre le substrat d'acier et la couche de revêtement d'aluminium et comprenent essentiellement les composés intermétalliques de Al-Fe-Si.

La présente invention concerne de plus un procédé de production d'une tôle d'acier couverte d'aluminium comprenant les étapes de :

(a) laminer une tôle d'acier couverte d'aluminium, qui comprend un substrat d'acier contenant $0.002 \ge 0.02\%$ en poids de N dissous et pas plus de $\sqrt{5/3N} - 1/300\%$ en poids de C au total, où N représente le pourcentage

02-20404838

2530536

3

pondéral du N dissous; une couche de revêtement en aluminium sur au moins une surface du substrat d'acier comprenant essentiellement Al et 1 à 15% en poids de Si; et une couche intermédiaire et continue à l'interface entre le substrat d'acier et la couche de revêtement d'aluminium comprenant essentiellement des composés intermétalliques de Al-Fe-Si, à un taux de laminage suffisant pour diviser la couche intermédiaire continue en sections: et

(b) recuire la tôle d'acier enduite d'aluminium 10 et laminée à une température suffisante pour la recristallisation du substrat d'acier mais insuffisante pour une diffusion mutuelle de Al-Fe entre le substrat d'acier et la couche de revêtement d'aluminium.

L'invention sera mieux comprise, et d'autres buts, caractéristiques, détails et avantages de celle-ci apparaîtront plus clairement au cours de la description explicative qui va suivre faite en référence aux dessins schématiques annexés illustrant un mode de réalisation de l'invention et dans lesquels :

- les figures 1(a) et 1(b) sont des photographies montrant respectivement une coupe transversale longitudinale d'une tôle d'acier couverte d'aluminium selon l'art antérieur et d'un produit selon l'invention, à un grossissement de 400;
- la figure 2 est une vue en coupe transversale d'une tôle d'acier couverte d'aluminium et laminée, faite dans la direction du laminage, pour illustrer les paramètres P et Q utilisés ici pour représenter l'étendue de la division de la couche intermédiaire; et
- la figure 3 est un graphique montrant les gammes des teneurs totales appropriées en carbone et en azote dissous dans l'acier dans la mise en pratique de l'invention.

En se référant maintenant à la figure 1(a), une tôle d'acier plongée à chaud dans l'aluminium, selon l'art antérieur comprend un substrat d'acier 10 ayant une structure recristallisée, une couche de revêtement 12 de Al-Si d'une structure coulée qui est formée sur au moins

4

une surface du substrat d'acier et une couche intermédiaire et continue 14 entre le substrat d'acier et la couche de revêtement de Al-Si, et comprenant essentiellement des composés intermétalliques de Al-Fe-Si. Au contraire, en se référant à la figure 1(b), une tôle d'acier couverte d'aluminimum selon l'invention comprend un substrat d'acier 10 ayant une structure recristallisée, une couche de revêtement 12 de Al-Si ayant une structure recristallisée sur au moins une surface du substrat d'acier et une couche intermédiaire discontinue et divisée 14 à l'interface entre le substrat d'acier et la couche de revêtement de Al-Si, et consistant essentiellement en composés intermétalliques de Al-Fe-Si. Du fait de la nature discontinue de la couche intermédiaire 14, le substrat d'acier 10 est directement en contact avec la couche de revêtement de Al-Si 12 en certains emplacements, tandis qu'il y a des composés intermétalliques de Al-Fe-Si qui sont interposés entre le substrat d'acier et la couche de revêtement de Al-Si en d'autres lieux.

On a trouvé que le silicium avait été sphéroidisé dans la couche de revêtement recristallisée de Al-Si et que la couche de revêtement recristallisée de Al-Si avait un allongement égal à peu près au double de celui d'une couche de revêtement de la même composition ayant une structure coulée. Comme le démontreront les exemples qui suivent, le 25 produit selon l'invention a une aptitude supérieure à la mise en forme par rapport à un produit selon l'art antérieur parce que le premier ne se fissure pas dans sa couche ou ses couches de revêtement, même s'il est travaillé de façon importante. On pense que cela est partiellement dû 30 au fait que le produit selon l'invention a une couche ou des couches de revêtement ayant un bon allongement comme on l'a mentionné ci-dessus, et partiellement parce que, grâce à la présence de la couche intermédiaire discontinue avantageusement subdivisée, l'effort se disperse quand le 35 produit est travaillé, ce qui conduit à une réduction de la concentration localisée de l'effort interne. En ce qui concerne la résistance à la corrosion des zones travaillées, 8/04/2008 15:53

2530536

le produit selon l'invention est extrêmement supérieur au produit selon l'art antérieur, car la couche de revêtement ou les couches du premier cas ne se fissurent pas dans les zones travaillées. De plus, on a trouvé, comme cela sera 5 démontré par les exemples ci-après, que la résistance à la corrosion des zones plates (zones non travaillées) du produit selon l'invention était également bien supérieure à celle du produit selon l'art antérieur. On pense que cela est dû au fait que des trous d'épingle qui existent à 10 l'origine dans la couche de revêtement ou les couches d'une structure coulée, disparaissent dans l'étape de laminage et donc que la formation de piqures de rouille rouge est contrôlée.

Il est préférable que la couche intermédiaire 15 discontinue et subidvisée, en l'observant sur une coupe transversale longitudinale (c'est-à-dire une coupe transversale faite le long de la direction du laminage), comprenne des flots distincts et successifs contenant essentiellement des composés intermétalliques de Al-Fe-Si, 20 les flots individuels ayant une dimension moyenne ne dépassant pas 10 , la somme des espaces ou intervalles entre des îlots adjacents étant de 10 à 50% de la longueur totale.

La figure 2 montre une vue en coupe transversale 25 d'une tôle d'acier laminée enduite d'aluminium, faite dans la direction du laminage. Quand une tôle d'acier plongée à chaud dans l'aluminium ayant une couche intermédiaire continue est laminée en conditions avantageusement choisies la couche intermédiaire 14 se divise en sections 30 14'. Comme le montre la figure 2, la couche intermédiaire ainsi divisée comprend des flots distincts et successifs 14', en observant en coupe transversale longitudinale. Si les dimensions de n flots successifs sont p_1 , p_2 , ... p_n , les espaces entre des îlots adjacents sont q_1, q_2, \dots 35 q_n et L est la longueur totale des n flots, la dimension moyenne P des îlots peut être exprimée par :

6

$$p = \frac{p_1 + p_2 + \dots p_n}{n} \qquad (\mu)$$

le pourcentage Q de la somme des espaces entre des îlots adjacents en se basent sur la longueur totale peut être exprimé par

$$Q = \frac{q_1 + q_2 + \dots + q_n}{n} \times 100$$
 (%)

L'étendue préférée de la division de la couche 10 intermédiaire 14 est telle que P ne dépasse pas 10 🔑 avec Q de 10 à 50%. Pour une telle observation, n doit être d'au moins 20. Si la valeur de P est sensiblement plus importante que 10 👊 avec Q sensiblement plus faible que 10%, c'est-à-dire si les flots individuels et successifs sont relativement grands avec des espaces relativement petits entre des flots adjacents, la couche de revêtement peut se fissurer quand le produit est travaillé de façon importante, probablement du fait d'une concentration localisée de l'effort interne dans les zones de la couche 20 de revêtement correspondant aux petits espaces de la couche intermédiaire divisée. Tandis qu'avec un laminage donnant une valeur de Q dépassant sensiblement 50%, la tôle laminée peut avoir de nombreuses microfissures dans son revêtement, qui ne disparaissent pas dans l'étape subséquente de recuit, 25 ce qui conduit à une réduction de la résistance à la corrosion du produit final . On a trouvé que dans de nombreux cas, l'étendue préférée de la division de la couche intermédiaire pouvait être obtenue en laminant à raison de 30 à 70%.

La tôle d'acier couverte d'aluminium selon l'invention peut avantageusement être préparée en laminant une tôle d'acier couverte d'aluminium comprenant un substrat d'acier, une couche de revêtement de Al-Si sur au moins une surface du substrat d'acier et une couche intermédiaire et continue de composés intermétalliques de Al-Fe-Si entre le substrat d'acier et la couche de revêtement de Al-Si, et

7

en recuisant la tôle ainsi laminée. La tôle d'acier couverte d'aluminium de départ est avantageusement préparée par une technique de plongée ou d'immersion à chaud. Il faut cependant remarquer que quand une tôle d'acier plongée 5 à chaud dans Al-Si, qui a été préparée à partir d'une bande d'acier non calmé typique à faible teneur en carbone, par exemple contenant 0,07% en poids de C, 0,21% en poids de Mn, une trace de Si, 0,007% en poids de P, 0,013% en poids de S et 0,0024% en poids de N, le restant étant Fe et des 10 impuretés, est laminée à raison de 50% puis est recuite à une température de 480°C, le substrat d'acier n'est pas recristallisé; au contraire, au cours du recuit, des composés intermétalliques binaires de Al-Fe comme Al 3Fe et Al₅Fe₂ se forment et croissent grâce à la diffusion mutuelle de Al-Fe à l'interface entre le substrat d'acier et les . couches de revêtement de Al-Si, et les surfaces du produit se décolorent en vert-foncé. Quand un tel produit est travaillé mécaniquement, ses couches de revêtement s'écaillent facilement car les composés intermétalliques binaires ci-dessus sont très durs et cassants. Par ailleurs, il est nécessaire de recuire la tôle laminée à une température de l'ordre de 500°C pour recristalliser le substrat d'acier laminé. Par ailleurs, une telle température de début de recristallisation de l'ordre de 500°C est bien dans la gamme des températures où se forment les composés intermétalliques binaires de Al-Fe. Il est par conséquent imposible d'obtenir des produits satisfaisants en partant d'acier ayant la composition ci-dessus indiquée, par une combinaison des étapes d'immersion à chaud dans Al-Si, de laminage et de recuit.

On a trouvé que si les teneurs totales en C et N dissous dans le substrat d'acier étaient appropriées, il y avait une certaine gamme de température où le substrat d'acier laminé pouvait être recristallisé sans formation des composés intermétalliques binaires de Al-Fe résultant de la diffusion mutuelle de Al-Fe.

On a trouvé que la teneur en N dissous dans le

ε

substrat d'acier devait être d'au moins 0,002% en poids afin d'éviter la formation non souhaitée des composés binaires intermétalliques de Al-Fe à des températures suffisantes pour la recristallisation du substrat d'acier 5 laminé. D'autant plus élevée est la teneur en N dissous, d'autant plus efficacement peut être contrôlée la formation des composés intermétalliques binaires de Al-Fe. Cependant, un excès de N dissous rend la tôle d'acier trop dure, et par consequent la teneur en N dissous dans l'acier ne doit pas dépasser 0,02% en poids. Bien que le mécanisme par N dissous dans l'acier sert à contrôler la formation des composés intermétalliques de Al-Fe ne soit pas encore exactement compris, on pense que N entre dans Fe de façon intersticielle augmentant ainsi l'énergie d'activation pour que Al se diffuse dans Fe, tendant à empêcher la formation des composés intermétalliques de Al-Fe.

On a également trouvé qu'avec la même teneur en N dissous, d'autant plus faible est la teneur en C total, d'autant plus forte est la température de formation des composés intermétalliques binaires de Al-Fe en général. Bien que le mécanisme précis n'en soit pas encore exactement compris, on pense que C dans l'acier dépassant sa solubilité existe sous forme de F₃C, qui donne à N une certaine solubilité, et aînsi sert à abaisser la teneur effective en N dissous.

La tôle d'acier couverte d'aluminium de départ appropriée à une utilisation dans la production des produits selon l'invention, contient ainsi, dans son substrat d'acier, 0,002 à 0,02% en poids de N dissous et, selon la teneur en N dissous, pas plus de $\sqrt{5/3N} - 1/300$ % en poids de C au total, où N représente le pourcentage pondéral de N dissous.

La figure 3 montre les gammes des teneurs appropriées en C total, en pourcentage pondéral, sur l'axe des 35 ordonnées et en N dissous, en pourcentage pondéral, sur l'axe des abscisses, dans les produits selon l'invention et dans les tôles d'acier couvertes d'aluminium de départ

9

utilisables pour la production des produits selon l'invention. A condition que la teneur en C total et en N dissous dans l'acier de la tôle d'acier couverte d'aluminium de départ se trouve dans la zone hachurée de la figure 3, il y a une certaine gamme de température où la tôle d'acier laminée peut être recristallisée sans formation des composés intermétalliques binaires de Al-Fe. Il est avantageux de choisir la teneur totale en C et en N dissous dans l'acier de façon que cette gamme de température soit large.

En plus de C et N, l'acier peut contenir jusqu'à 0,0% en poids de Si, jusqu'à 0,4% en poids de Mn, jusqu'à 0,02% en poids de P, jusqu'à 0,02% en poids de S et jusqu'à 0,01% en poids de Al soluble dans l'acide. On a pu confirmer qu'avec Si, Mn, P, S et Al soluble dans l'acide dans les gammes prescrites, le comportement à la recristallisation de l'acier et l'effet de N et C pour contrôler la formation des composés intermétalliques binaires de Al-Fe décrits ci-dessus étaient sensiblement inchangés.

20 On a trouvé que la teneur en Si dans la couche couverte d'aluminium affectait de façon importante les résultats du laminage. Une tôle d'acier couverte d'aluminium, préparée par immersion à chaud dans un bain d'immersion à chaud d'aluminium contenant Si en une quantité sensiblement 25 inférieure à 1% en poids, et ayant ainsi des couches de revêtement de Al-Si dont la teneur en Si est sensiblement inférieure à 1% en poids, a une couche intermédiaire continue et épaisse de l'ordre de 15 à 20 μ et lors du laminage, quel que soit le taux de laminage, la 30 couche intermédiaire et épaisse ne se subdivise pas avantageusement en sections, mais se fissure seulement ce qui permet aux couches de revêtement de s'écailler facilement. Cependant, une tôle d'acier couverte d'aluminium, préparée par immersion à chaud dans un bain d'immersion à d 'aluminium contenant Si sensiblement en excès de 35 chaud 15% et ainsi, ayant des couches de revêtement de Al-Si dont la teneur en Si est sensiblement supérieure à 15%, contient

10

des plaquettes dures et cassantes de Si dans ses couches de revêtement, et lors du laminage, même à un taux relativement faible, les couches de revêtement se fissurent fortement et s'écaillent localement. Pour ces raisons, la teneur en Si dans la couche de revêtement peut être contrôlée entre 1,0 et 15% en poids.

Dans la première étape du procédé selon l'invention, la tôle d'acier couverte d'aluminium de départ, qui comprend un substrat d'acier contenant 0,002 à 0,02% en poids de 10 N dissous et pas plus de 5/3N - 1/300 % en poids de C au total, où N représente le pourcentage pondéral de N dissous; une couche de revêtement d'aluminium sur au moins une surface du substrat d'acier comprenant essentiellement Al et 1 à 15% en poids de Si; et une couche intermédiaire et 15 continue entre le substrat d'acier et la couche de revêtement d'aluminium et comprenant essentiellement des composés intermédiaires de Al-Fe-Si, est laminée de façon que la couche intermédiaire et continue se divise en sections. De préférence, l'étape de laminage est effectuée à un taux 20 suffisant pour diviser la couche intermédiaire et continue en îlots distincts successifs en observant sur une coupe transversale faite le long de la direction du laminage, les îlots individuels ayant une dimension moyenne (P) ne dépassant pas 10 μ avec le pourcentage (Q) de la somme 25 des espaces entre des îlots adjacents , basé sur la longueur totale, de 10 à 50%. On a trouvé que dans de nombreux cas, l'étendue préférée de la division de la couche intermédiaire pouvait être obtenue en laminant à un taux de 30 à 70%. Quand le laminage est trop léger, la couche intermédiaire 30 n'est pas avantageusement divisée en sections. Tandis qu'avec un taux excessivement important de laminage, de nombreuses microfissures se forment dans la couche ou les couches de revêtement sans disparaître même avec un recuit subséquent.

A la seconde étape du procédé selon l'invention, la tôle laminée de la première étape est recuite à une température suffisante pour la recristallisation du substrat

11

d'acier mais insuffisante pour la diffusion mutuelle de Al-Fe entre le substrat d'acier et la couche de revêtement d'aluminium. Comme on l'a décrit ci-dessus, à condition que les teneurs en N dissous et C au total soient appropriées, 5 la température de début de recristallisation du substrat d'acier laminé peut être plus faible que la température à laquelle se forment les composés intermétalliques binaires de Al-Fe par diffusion mutuelle, et ainsi, il y a une certaine gamme de température où le substrat d'acier peut 10 être recristallisé sans souffrir d'une diffusion mutuelle de Al-Fe. L'étape de recuit est effectuée à une température dans une telle gamme. Par le recuit, le substrat d'acier et la couche de revêtement ou les couches se recristallisent. Même dans un cas où la température de formation des 15 composés binaires intermétalliques est bien au-dessus de 600°C, l'étape de recuit doit de préférence être effectuée à une température ne dépassant pas 600°C. Avec un recuit à une température sensiblement supérieure à 600°C, la ou les couches de revêtement fondent fréquemment.

L'épaisseur (mm) de la tôle d'acier couverte d'aluminium de départ et l'accumulation du revêtement (g/m²) ne sont pas strictement critiques. En fait, les propriétés avantageuses du produît selon l'invention ne sont pas perdues en répétant les étapes de laminage et de recuit jusqu'à ce que l'épaisseur finale souhaitée soit atteinte. L'accumulation de revêtement de la tôle d'acier enduite d'aluminium de départ peut être déterminée selon l'accumulation souhaitée souhaitée de revêtement dans le produit final.

Comme on l'a décrit ci-dessus et comme on le démontrera dans les exemples qui suivent, la tôle d'acier enduite d'aluminium selon l'invention présente une excellente aptitude à la mise en forme et une excellente résistance à la corrosion, en comparaison aux produits comparables précédemment disponibles. De plus, le produit selon l'invention présente l'avantage supplémentaire que, grâce à l'étape de laminage, il a une meilleure précision

12

d'épaisseur que les produits selon l'art antérieur.

La présente invention sera mieux décrite par les exemples qui suivent.

Exemple 1

Des échantillons d'une bande d'acier non calmé d'une épaisseur de 0,8 mm, ayant diverses teneurs en C total et en N dissous indiquées au tableau 1, ont été plongés dans un bain chaud d'immersion d'aluminium contenant 10% en poids de Si pour préparer des tôles d'acier couvertes d'aluminium.

10 Chaque tôle a été laminée au taux indiqué, entre 10 et 80%, et recuite pendant 10 heures à la température indiquée entre 480 et 570°C. Chaque échantillon ainsi obtenu a été examiné à la recherche de composés intermétalliques branes de Al-Fe, et de la présence d'une recristallisation dans le substrat d'acier.

Les résultats sont indiqués au tableau 1 où :

A indique que le substrat d'acier a été
recristallisé sans formation d'aucun composé intermétallique binaire de Al-Fe;

- B indique que, tandis que le substrat d'acier a été recristallisé, les surfaces de l'échantillon sont devenues gris-foncé du fait de la formation des composés intermétalliques binaires de Al-Fe;
- C indique que tandis que des composés inter-25 métalliques binaires mes sont pas formés, le substrat d'acier ne s'est pas recristallisé; et
 - D indique que les composés intermétalliques binaires se sont formés sans aucune recristallisation du substrat d'acier.

Tableau 1

Recristallisation de l'acier et température de formation des composés intermétalliques de Al-Fe

И°	Contenu o % en p	lans l'acier poids de	Taux de lami-	Temp	. de r	ecuit	
	C total	N dissous	nage (%)	480°C	500°C	530°C	570℃
1			10	· C	C ·	D	В.
2	٠.		20	C	C	. ·B	В
3	0,005	0,0024	40	C .	· A	В	В
4			60	Ċ	A	В	В
5			80	C	A	В	В
6			10	C	C ·	. C.	A
7			20	C.	С	A	A ·
. 8	0,004	0,0053	40-	C	, A	A	A
9		,	_. 60	C.	. A	A .	A
10.			80	Ċ	, A	A .	A
11	· .		10	С	C	С	A
12	_		20 -	С	A	A'	A
13	0,004	0,0105	40	C	A _.	A	,A
14 15		,	60 80	C	А	A A	A A
16	·		10	С	С	A	A
17			20	С	A	A	A
18	0,005	0,0161	40	C .	A	A	A
19			60	С	Ā	A	A
20			. 80	C	. A	Ą	A
21			10	D	D	В	В
22			20	מ	B.	в	B
23	0,022	0,0021	. 40	D	В	В	В
24		·	60 .	D	В	В	В
25			80 .	D.	B	В	В

Tableau 1 (suite)

Ио	Contenu d % en	ans l'acier poids de	Taux de la- minage	Тетр	de re (10 h)	cuit	
	C total	N dissous	(%)	480°C	500°C	530°C	570℃
26			10	С	Ċ	A	'A
27			20	С	A	A ·	A
28	0,019	0,0061	40	С	A	A	A
29			60	С	À.	A	A
30			80	С	A	A	A
31			10	С	С	A	A
32		•	20 ·	С	. A	, A	· A
33	0,020	0,0090	40	С	A	· A	A
34		٠	60	C	A	A	A
35			80	С	A	A	Á
36			10	С.	A	A	A
37			20	С	A	A	A
38	0,021	0,0148	40	С	Α.	A	A
39			60	C	Α.	A	A
40			80	Ċ	A	A.	A
41			10	D	В	В	В
42			20	D.	В	В	. В
43	0,048	0,0031	40	Q	B	В	В
44			60	α.	. B .	В	В
45	,		80	· D	В	B	В
46			. 10	.C	A	A .	В
47		·	20	C	A	A	В.
48	0,044	0,0059	40	С	A	A	В
49			60	.C	A	A	В
50			80	C	A	<u>A</u>	В
51			.10	C	A	A	A
52			20	Ċ	· A	A	. А
53	0,042	0,0110	40	C	A	A	A
54			60	С	A	. A	. A
55			80	С	A.	A	A
·	i					I	<u> </u>

02-20404838

2530536

<u>Tableau 1</u> (suite)

No.	Contenu da % en poi	ns l'acier ds de	Taux de la-	Ten	np. de (10 h	recuit	
I.V	'C total	N dissous	minage (%)	480°C	500°C	530°C	570°C
56			10	С	A	A	A
57			20	C.	A	. A	A
58	0,041	0,0187	40	.C	A	A	A
59	. • •		60	C	A	• А	A
60			. 80	· c	. A	Ą	. A
61	·		10	D .	В	B .	В
62			20	D.	В	В	В
63	0,072	0,0025	40	י מ	В	В	В
64			60	D _.	В	В	В
65			80	Ď	В	В	В
66			10	C.	A	В	В
67		-	20 .	· C	A	В	В
68	0,078	0,0051	40	C	A.	В	В
69			60	С	. A	B .	В
70	· .		80	C,	A	В	. В
71	,		10	C.	A	Ā	В
72	·	·	20	C ·	A	A	В.
73	0,073	0,0112	40	C	A	Ą	В
74			60	C.	: A	A	В
75			80	C	A	A	В
76	. ,		10	C	A	A	A
77	,		20	C ·	· A	A	A
78	0,069	0,0165	40	C	A	A	A
79		·]	60	С	A	A	A.
80 .		·	80	.C _, *	A	· A	A
81			· 10	. D .	В	В.	В
82			20	ֹ מ	В	В	В
83	0,148	0,0032	40	D	В	В	B
84		j	60	D	В	В	В
85			. 80 .	ם	₿.	ъ.	В

16

Tableau 1 (suite)

	No	Contenu de % en p	ns l'acier oids de	Taux de la-	Temp. de recuit (10 h)				
	· .	C total	N dissous	minage (%)	480°C	500°C	530°C	570°C	
•	86	<u>.</u>		10	Ċ	В;	: в	. В	
•	87		·	20	С	В	В	В	
	88	0,152	0,0052	40	C	В	В	В	
10	89			60	C	В	В	·B	
	90			80	C.	В	В	В	
	91.			10	С	В	В	В	
	92			20	C	В	В	B · ·	
	93	0,160	0,0104	40	С	∵ В	В	В	
15	94			. 60	C.	В	В	B	
•	95			80	С	В	В	В	
	96			10	C.	- A.	A	В	
	97			. 20	C .	Α.	A	В	
20	98	0,157	0,0181	40	C.	A	A	В	
	99			60	С	, A `	A	·B	
	100			80	С	A	A	В	
}				·				·	

Par les résultats du tableau 1, on peut voir que la recristallisation du substrat d'acier dépend de la température du recuit et du taux de laminage, et a en général lieu, comme le montre le tableau 1, en A et B, à une température d'au moins 500°C avec certaines exceptions dans des cas de taux relativement faibles de laminage (N°s 1, 2, 6, 7, 11, 16, 21, 26 et 30). La température de début de recristallisation du revêtement d'aluminium est en général de l'ordre de 350 à 400°C.

Le tableau 1 montre de plus que la formation des 35 composés intermétalliques binaires de Al-Fe à partir de la diffusion mutuelle de Al-Fe à l'interface entre le substrat d'acier et la couche de revêtement de Al-Si dépend du

17

N dissous et de la teneur totale en C dans l'acier ainsi que de la température de recuit; et que si la teneur en N dissous dans l'acier est suffisamment élevée, le substrat d'acier peut être recristallisé sans formation de composés intermétalliques binaires de Al-Fe, et qu'une faible teneur en C au total dans l'acier rend la température de la formation des composés binaires de Al-Fe élevée.

Exemple 2

On a préparé des échantillons de bande d'acier

10 non calmé d'une épaisseur de 1,2 mm contenant 0,045% en
poids de C au total et 0,0115% en poids de N dissous.

Chaque échantillon a été plongé dans un bain chaud
d'immersion d'aluminium contenant une quantité variable
de Si entre 0,4 et 16,3% en poids, pour produire une tôle

15 d'acier immergée à chaud dans l'aluminium-silicium. Chaque
tôle a été laminée au taux indiqué entre 10 et 80%, et on
a examiné l'état de son revêtement et des couches
intermédiaires.

Les résultats sont indiqués au tableau 2. Tableau 2

Teneur en Si dans le revêtement et état du revêtement et des couches intermédiaires après laminage

25	N.	Teneur en Si dans le revêtement (% en poids)	Taux de laminage (%)	Etat du revêtement et des couches intermédia l res après laminage
30	1		10	Fissures dans la couche intermédiaire et écaillement des couches de revêtement
	2		20	ditto
	3	. 0,4	40	ditto
	4		60	ditto
	5		80	ditto

. 20

Tableau 2 (suite)

6 10 Couche intermédia divisée en section ditto Bon 9 60 Bon	nt et des iaires
8 1,9 40 Bon	
1 'I '- 1 I	
9 · 60 Bon	
	·
10 80 Nombreuses micros dans les couches revêtement	
11 10 Couche intermédia divisée en section	
12 20 ditto	, ,
13 8,3 40 Bon	
14 60 Bon	
15 80 Nombreuses micros dans les couches revêtement	fissures de
16 10 Couche intermédia divisée en section	
17 20 ditto	
18 14,2 40 Bon	
19 60 Bon .	
80 Nombreuses micros dans les couches revêtement	
21 10 Couches de revête fortement fissuré écaillement local	ées et
22 20 ditto	٠
23 16,3 40 ditto	
24 60 ditto	į
25 80 ditto	

19

Comme le montre le tableau 2, quand la tôle d'acier couverte d'aluminium ayant les couches de revêtement de Al-Si dont la teneur en Si est de 0,4% en poids, préparée par immersion à chaud dans un bain chaud 5 d'immersion d'aluminium contenant 0,4% en poids de Si, est laminée, la couche intermédiaire se fissure sans être avantageusement divisée en sections, forçant ainsi les couches de revêtement à s'écailler facilement, quel que soit le taux de laminage (N°s 1 à 5). L'épaisseur de la couche intermédiaire avant laminage était de l'ordre de 17 à 18 µ .

Quand la tôle d'acier couverte d'aluminium préparée par immersion à chaud dans un bein chaud d'immersion d'aluminium contenant 16,3% en poids de Si, et ayant ainsi des couches de revêtement de Al-Si dont la teneur en Si est de 16,3%, est laminée, les couches de revêtement se fissurent fortement et s'écaillent localement (N°s 21 à 25). La tôle d'acier immergée à chaud dans Al-Si contient des plaquettes dures et cassantes de Si dans ses couches de revêtement.

Le tableau 2 montre de plus que dans les cas où la teneur en Si dans les couches de revêtement est de 1,9%, 8,3% ou 14,2%, on peut obtenir de bons résultats avec un taux modéré de laminage de 40 ou 60%, tandis qu'un faible 25 taux de laminage comme 10 ou 20% ne divise pas avantageusement la couche intermédiaire en sections, et qu'un taux excessivement élevé de laminage comme 80% a pour résultat la formation de nombreuses microfissures dans les couches de revêtement (N°s 6 à 20).

Exemple 3

Des tôles d'acier immergées à chaud dans de l'aluminium-silicium, ayant une accumulation diverse de revêtement entre environ 45 et 200 g/m², ont été préparées en plongeant des bandes d'acier non calmé, ayant diverses épaisseurs, entre environ 0,45 et 2,0 mm et contenant 0,043% en poids de C au total et0,085% en poids de N dissous, dans un bain chaud d'immersion dans l'aluminium contenant

.30

10% en poids de Si. Chaque tôle d'acier immergée à chaud dans Al-Si a été laminée au taux indiqué entre environ 10 et 80%, et recuite à une température de 530°C pendant 10 heures. Les épaisseurs de la bande d'acier non calmé de 5 départ et de l'accumulation de revêtement de la tôle d'acier immergée à chaud dans Al-Siétaient choisies dans les gammes indiquées ci-dessus de façon que la tôle laminée eit une épaisseur de 0,4 mm et une accumulation de revêtement de 40 g/m² par côté. De cette façon, on a préparé 10 huit échantillons (N°s 1 à 8).

On a examiné, sur chaque échantillon, l'étendue de la division de la couche intermédiaire en observant sa section de structure faite dans la direction du laminage, et on a déterminé les valeurs de P et Q définies ci-dessus.

Chaque échantillon a été soumis à l'essai de pliage serré prescrit dans la norme japonaise JIS Z 2248 (1975), c'est-à-dire le pliage le plus sévère avec un diamètre interne de zéro jusqu'à un angle de 180°. La surface externe de la zone courbée de l'échantillon a été examinée 20 à la recherche de la présence de fissures dans la couche de revêtement.

L'échantillon courbé de façon très serrée a alors été soumis à un essai de jet de sel selon la norme japonaise JIS Z 2371 (1976), et on a déterminé le temps 25 écoulé avant la présence de piqures de rouille rouge, aussi bien sur les zones courbées que plates de l'échantillon.

Les résultats sont indiqués au tableau 3 qui montre également les résultats des mêmes essais effectués sur un échantillon témoin (N° 9), une tôle d'acier 30 commercialisée immergée à chaud dans Al-Si d'une épaisseur de 0,4 mm et ayant une accumulation de revêtement de 40 g/m² par côté ou face.

<u>Tableau 3</u> Formabilité et résistance à la corrosion

										_			
de jet avant présence	de rouille	zone pliée	u	n	72	26	24	rr				י ני	
Essai de jet (jours avant	rouge)	zone plate	50			9	. 61	. 63	63	58	. 0	30	
Présence de fissures dens le	revetement	fléchi de	fortes	fissures	microrissures	pas de fissure	pas de	pas de	rissure pas de	Ilssure pas de	ilssure microfissures	fortes	
a division intermé-	ъ		12,5 (µ)		u (ວ	8,2	7,5	2,0	6,7	6,5	1	
Etendue de la division de la couche intermé- diaire	Œ	٠	3,5(%)	. 9.2	14.2	J ·	19,8	28,3	37,0	46,2	54,8	0	
Accumulation du revêtement par côté	(8/m²)		07	07	. 07		07	. 07	07	0,7	07	0†	•
Taux de leminage %	 	·	10	80	33		3	20	09	02.	8	0	
S.			~	2	2	``	†	ι,	9	۲.	ω	6	

22

Exemple 4

(1) Bandes d'acier

En utilisant un acier fondu d'un convertisseur consistant essentiellement en 0,06% en poids de C au total, une trace de Si, 0,30% de Mn, 0,018% en poids de P, 0,011% en poids de S et 0,0018% en poids de N dissous, le restant étant Fe, on a préparé des lingots ayant diverses teneurs en N dissous en ajoutant diverses quantités appropriées de MnN dans un moule au moment du moulage des lingots. Les lingots ont alors été dégrossis, dépolis, laminés à chaud, décapés et laminés à froid de façon conventionnelle, puis recuits et décarburisés dans une atmosphère d'hydrogène humide à diverses étendues pour préparer ainsi les bandes d'acier N°s 1 à 8 indiquées au tableau 4 ci-après, ayant les diverses teneurs indiquées en C total et en N dissous et une épaisseur de 0,8 mm.

Tableau 4
Bandes d'acier à immerger à chaud

20	И°	Contenu o % en po	lans l'acier oids de	Remarques
		C total	N dissous	
	1	0,005	0,0018	Témoin
25	2	0,006	0,0063	Adapté à la mise en pratique de l'invention
	3	0,018	0,0084	Adepté à la mise en pratique de l'invention
	4.	0,045	0,0023	Utilisé jusqu'à maintenant
70	·5	0,041	0,0107	Adapté à la mise en pratique de l'invention
30	6	0,058	0,0036	Utilisé jusqu'à maintenant
·	7	7 0,061 0,0071		Adapté à la mise en
	8	0,054	0,0105	pratique de l'invention

35 (2) Tôles d'acier plongées à chaud dans l'aluminium
Chaque bande d'acier indiquée au tableau 4 d'une
épaisseur de 0,7 mm a été dégraissée et décapée d'une

23

façon conventionnelle, puis plongée pendant 5 secondes dans un bain chaud d'immersion de Al-9,5% Si, maintenu à 670°C pour produire une tôle d'acier immergée à chaud dans l'aluminium ayant une accumulation du revêtement de 80 $\rm g/m^2$ par face.

Chaque tôle a été laminée à un taux de 50% puis recuite pendant 10 heures à 530°C pour donner un produit d'une épaisseur de 0,4 mm avec une accumulation du revêtement de 40 g/m² par face.

10 (3) Essai de pliage serré

Un échantillon prélevé de chaque produit a été soumis à l'essai de pliage serré selon la norme japonaise JIS Z 2248 (1975), et la surface externe de la zone pliée a été examinée à la recherche de la présence de fissures dans la couche de revêtement. Le résultat était estimé selon la clé de l'étalorme de formabilité ou aptitude à la mise en forme du tableau 5, et il est représenté au tableau 6.

<u>Tableau 5</u> Clé pour l'étalonnage de formabilité

L	Etalonnage	Etat
,	a	Couche de revêtement ne se fissure pas
	b .	Couche de revêtement se fissure légèrement
	.	Couche de revêtement se fissure fortement

(4) Essai de jet de sel

Chaque échantillon plié très serré a été examiné pour sa résistance à la corrosion par le procédé de l'essai de jet de sel selon la norme japonaise JIS Z 2371 35 (1976), et on a déterminé le temps écoulé avant la présence de piqures de rouille rouge, aussi bien pour les zones plates que courbées de façon serrée, de l'échantillon.

24

Les résultats sont indiqués au tableau 6.

Le tableau 6 montre de plus les résultats des mêmes essais effectués sur un échantillon (N° 9) pris dans une tôle d'acier plongée à chaud dans Al-Si qui est disponible, d'une épaisseur de 0,4 mm avec une accumulation de revêtement de 40 g/m² par face, l'acier consistant essentiellement en 0,045% en poids de C au total, une trace de Si, 0,30% en poids de Mn, 0,018% en poids de P, 0,011% en poids de S et 0,002% en poids de N dissous, le restant étant Fe.

Formabilité et résistance à la corrosion de tôles d'acier immergées à Tableau 6 chaud dans Al-Si

let de sel unt présence de le rouille rouge)	e Zone pliée	Témoin (manque de N dans l'acier),	59 Selon l'invention	57 Selon 1'invention	Acier utilisé jusqu'à maintenant, surfaces décolorées en gris foncé	60 Selon l'invention	Acier utilisé jusqu'à maintenant. Surfaces décolorées en gris foncé	55 Selon l'invention	58 Selon l'invention	7 Tôle d'acier immergée à chaud dans Al-Si et commercialisée	
Essal de jet de sel (jours avant présence de piqures de rouille rouge)	Zone plate Zone	8	63 5	9	M.	9 89	ત્ય	59 5	63 5	. 30	
Essal de pliure serrée		b	, co	Ø	o	a 3	O	æ	· cd	O	•
Exemple N°			N	M	4	5	v	7	co	on .	٠

26

Exemple 5

Tôle d'acier plongée à chaud dans Al-Si selon l'invention

Une bande d'acier d'une épaisseur de 0,7 mm et contenant 0,015% en poids de C au total et 0,0085% en poids de N dissous, a été préparée comme on l'a décrit à l'exemple 4, (1). La bande a été dégraissée et décapée de façon conventionnelle, puis plongée pendant 5 secondes dans un bain de Al-4,8% Si maintenu à une température de 680°C pour produire une tôle d'acier trempée à chaud dans l'aluminium ayant une accumulation de revêtement de 80 g/m² par face. La tôle d'acier plongée à chaud dans l'aluminium a alors été laminée à un taux de 50% et recuite à 550°C pendant 10 heures pour donner un produit selon l'invention. Le produit (N° 11) avait une épaisseur de 0,35 mm et une accumulation de revêtement de 40 g/m² par face.

Produits témoins

Les produits témoins (N°s 12 à 14) utilisés étaient des tôles d'acier immergées à chaud dans Al-Si qui sont commercialisées, d'une épaisseur de 0,35 mm, ayant une accumulation de revêtement de 40 g/m², 60 g/m² et 80 g/m² respectivement, l'acier des produits consistant essentiellement en 0,054% en poids de C au total, une trace de Si, 0,30% en poids de Mn, 0,013% en poids de P, 0,010% en poids de S et 0,0021% en poids de N dissous, le restant étant Fe.

Des échantillons pris du produit selon l'invention et des produits témoins ont été examinés pour l'aptitude à la mise en forme et la résistance à la corrosion à la façon décrite aux exemples 4, (3) et (4).

Les résultats sont indiqués au tableau 7.

27

Tableau 7
Formabilité et résistance à la corrosion de tôles d'acier immergées à chaud dans Al-Si

5	ìИ°	Accumula- tion du revêtement par face (g/m ²)		,% en .	Essai de pliure serrée	pré piq	jet de rs avant sence de ûres de ille rouge
10	·	·				zone plate	zone pliée
<i>10</i> .	11 12		0,015 0,054	0,0083 0,0021	a c	62 29	57 6
	13	60	0,054	0,0021	ď	55	15
	14	80	0,054	0,0021	ъ	72	20
15							

Exemple 6

Une bande d'acier d'une épaisseur de 0,7 mm et contenant 0,018% en poids de C au total et 0,064% en poids de N dissous, a été préparée comme on l'a décrit à l'exemple 4, (1). La bande a été dégraissée et décapée d'une façon conventionnelle, puis plongée pendant 5 secondes dans un bain de Al-6,7% de Si maintenu à 650°C pour produire une tôle d'acier immergée à chaud dans l'aluminium ayant une accumulation de revêtement de 80 g/m² par face.

Des portions de la tôle d'acier immergée à chaud ont été laminées à divers taux de laminage indiqués au tableau 8, puis recuites à une température de 530°C pendant 10 heures pour donner les huit produits indiqués au même tableau.

Sur des échantillons pris de ces produits, l'essai décrit à l'exemple 4, (3) et (4) a été mis en oeuvre.

Les résultats sont indiqués au tableau 8.

Tableau 8
Formabilité et résistance à la corrosion de tôles d'acier immergées à chaud dans Al-Si, recuites et laminées

5,							
•	No.	Taux de la- minage		tion du revête- ment	Essai de pliure serrée	Essai de je (jours avan de piqûres rouille ro	t présence
40		(%)	(mm)	par face (g/m ²)		zone plate	zone pliée
10							
	21	10	0,63	72	С	75	17
	22	20	0,56	64	ъ	72	15
	23	30	0,50	56	а	69	, 63
	24	40	0,42	48	a	65	60
15	25	50	0,35	40.	а	62	56
	26	60	0,28	32	а	59	50
	27	70	0,21	24	a	58	· 52
	28	80	0,14	. 16	ъ	7	6
		ļ.			1		

29

REVENDICATIONS

1.- Tôle d'acier couverte d'aluminium, caractérisée en ce qu'elle comprend :

- (2) une couche de revêtement d'aluminium sur au moins une surface dudit substrat d'acier comprenant
 10 essentiellement Al et 1 à 15% en poids de Si et ayant une structure recristallisée , et
 - (3) une couche intermédiaire et discontinue à l'interface entre le substrat d'acier et la couche de revêtement d'aluminium et comprenant essentiellement des composés intermétalliques de Al-Fe-Si.
 - 2.- Tôle selon la revendication 1, caractérisée enœqu'en observant sur une coupe transversale longitudinale, la couche intermédiaire discontinue comprend des îlots distincts et successifs contenant essentiellement des composés intermétalliques de Al-Fe-Si, les îlots individuels ayant une dimension moyenne ne dépassant pas 10 \(\mu \), la somme des espaces entre des îlots adjacents représentant 10 à 50% de la longueur totale.
- 3.- Procédé de production d'une tôle d'acier
 25 couverte d'aluminium, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes de :
- (a) laminer une tôle d'acier couverte d'aluminium, qui comprend un substrat d'acier contenant 0,002 à 0,02% en poids de N dissous et pas plus de √5/3N 1/300 %
 30 en poids de C au total, N représentant le pourcentage pondéral de N dissous; une couche de revêtement d'aluminium sur au moins une surface du substrat d'acier comprenant essentiellement Al et 1 à 15% en poids de Si et une couche intermédiaire et continue entre le substrat d'acier et la couche de revêtement d'aluminium et comprenant

15

2530536

30

essentiellement des composés intermédiaires de Al-Fe-Si, à un taux de laminage suffisant pour provoquer une division de la couche intermédiaire et continue en sections, et

- (b) recuire la tôle d'acier couverte d'aluminium et laminée à une température suffisante pour la recristallisation du substrat d'acier mais insuffisante pour une diffusion mutuelle de Al-Fe entre le substrat d'acier et la couche de revêtement d'aluminium.
- 4.- Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'étape de laminage est effectuée à un taux suffisant pour diviser la couche intermédiaire et continue en îlots successifs et distincts en observant sur une coupe transversale faite dans la direction du laminage, les îlots individuels ayant une dimension moyenne ne dépassant pas 10 ..., la somme des espaces entre des îlots adjacents étant de 10 à 50% de la longueur totale.
- 5.- Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 ou 4, caractérisé en ce que l'étape de 20 laminage est effectuée à un taux de 30 à 70% et l'étape de recuit est effectuée à une température de 500 à 600°C.

ら I-3

2530536

FIG. I(a)

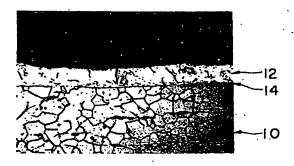
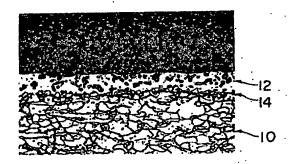


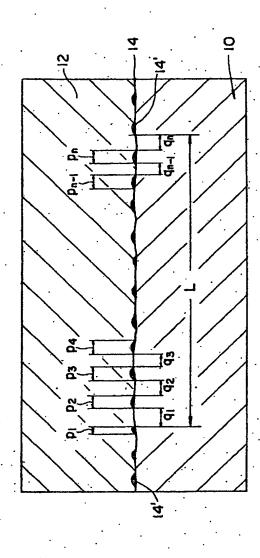
FIG.1(b)



PI II-3

2530536

F16.2



02-20404838

Maccalli e Pezzoli

PAGE 36/36

PI II-3

